

PATENT APPLICATION

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re the Applicant of

Masateru UETA et al.

Application No.: 10/729,916

Filed: December 9, 2003

Docket No.: 117760

For: METAL POWDER AND POWDER MAGNETIC CORE USING THE SAME

CLAIM FOR PRIORITY

Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

The benefit of the filing dates of the following prior foreign applications filed in the following foreign country is hereby requested for the above-identified patent application and the priority provided in 35 U.S.C. §119 is hereby claimed:

Japanese Patent Application No. 2002-377770 filed December 26, 2002;

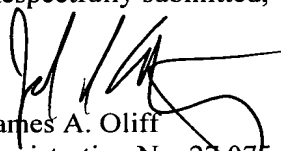
Japanese Patent Application No. 2003-326834 filed September 18, 2003

In support of this claim, certified copies of said original foreign applications:

☒ are filed herewith.

It is requested that the file of this application be marked to indicate that the requirements of 35 U.S.C. §119 have been fulfilled and that the Patent and Trademark Office kindly acknowledge receipt of these documents.

Respectfully submitted,


James A. Oliff
Registration No. 27,075

Joel S. Armstrong
Registration No. 36,430

JAO:JSA/tje

Date: February 12, 2004

OLIFF & BERRIDGE, PLC
P.O. Box 19928
Alexandria, Virginia 22320
Telephone: (703) 836-6400

**DEPOSIT ACCOUNT USE
AUTHORIZATION**
Please grant any extension
necessary for entry;
Charge any fee due to our
Deposit Account No. 15-0461

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 2 年 1 2 月 2 6 日
Date of Application:

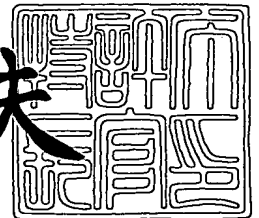
出 願 番 号 特 願 2 0 0 2 - 3 7 7 7 7 0
Application Number:
[ST. 10/C] : [J P 2 0 0 2 - 3 7 7 7 7 0]

出 願 人 J F E スチール株式会社
Applicant(s):

2 0 0 3 年 1 0 月 3 1 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 3 - 3 0 9 0 6 3 1

【書類名】 特許願

【整理番号】 02J01086

【提出日】 平成14年12月26日

【あて先】 特許庁長官 太田 信一郎 殿

【国際特許分類】 B22F 1/02

【発明の名称】 圧粉磁心用金属粉末およびそれを用いた圧粉磁心

【請求項の数】 5

【発明者】

 【住所又は居所】 千葉県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎製鉄株式会社
 技術研究所内

 【氏名】 植田 正輝

【発明者】

 【住所又は居所】 千葉県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎製鉄株式会社
 技術研究所内

 【氏名】 中村 尚道

【発明者】

 【住所又は居所】 千葉県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎製鉄株式会社
 技術研究所内

 【氏名】 前谷 敏夫

【特許出願人】

 【識別番号】 000001258

 【氏名又は名称】 川崎製鉄株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100072051

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 杉村 興作

【選任した代理人】

【識別番号】 100059258

【弁理士】

【氏名又は名称】 杉村 暁秀

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 074997

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0018860

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 圧粉磁心用金属粉末およびそれを用いた圧粉磁心

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 強磁性体金属粉末の表面を被覆材で被覆した被覆金属粉末であって、該被覆材が、アルミニウムを含有するリン酸塩化合物を主体とするものであることを特徴とする圧粉磁心用金属粉末。

【請求項 2】 前記被覆材中のリン含有量を P (mol)、全金属含有量を M (mol) としたとき、その比 P/M が 1 以上、10 未満であることを特徴とする請求項 1 記載の圧粉磁心用金属粉末。

【請求項 3】 前記請求項 1 ～ 2 のいずれかに記載の金属粉末を、加圧成形してなる圧粉磁心。

【請求項 4】 前記請求項 1 ～ 2 のいずれかに記載の金属粉末を、潤滑剤や樹脂などの有機物を添加した上で、加圧成形してなる圧粉磁心。

【請求項 5】 加圧成形後、加熱処理を施すことを特徴とする請求項 3 または 4 記載の圧粉磁心。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、高い絶縁性、磁束密度および成形体強度を併せ持ち、モーター用鉄心として好適な圧粉磁心用金属粉末およびそれを用いた圧粉磁心に関するものである。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

近年、住宅における各種アメニティ設備および自動車におけるパワーステアリングやパワーウィンドなど、従来は手動あるいは油圧による制御が行われていたような箇所に対し、モーターによる電動制御の採用が盛んに行われている。

このような用途では、実装スペースが限定されるために、小型であると同時に、高出力で制御性に優れたモーターが要求される。そのため、汎用品モーターの利用が困難である場合が多く、それらに適した小型で高性能なモーターの開発が

急がれている。

そして、この開発に際しては、モーターの性能を決定する部品である鉄心を、いかに性能低下させずに小型化するか、ということが重要なポイントになる。

【0 0 0 3】

ところで、従来から使用されているモーターの多くは、鉄心として電磁鋼板や電磁鉄板の積層ブロックを打ち抜いて作られるコア（積層コア）が用いられている。その理由としては、電磁鋼板や電磁鉄板は比較的安価でありながら、飽和磁束密度や透磁率などモーターに要求される性能が優れていることが挙げられる。

しかしながら、積層コアは、鉄心形状を小型化するほど生産コストが大きくなるという問題がある。というのは、積層コアの打ち抜き加工には、元の積層ブロックにある程度の大きさが必要なため、コア形状が小さい場合には打ち抜かれて廃棄される部分の割合が大きくなってしまっただけでなく、小さいコアほど打ち抜き時の欠陥、例えば打ち抜き部でバリなどが発生し易くなるため、製品歩留りが低下する傾向があるからである。

そのため、小型で高性能なモーターの開発に当たっては、積層コアに変わる鉄心材料の開発が強く求められていた。

【0 0 0 4】

この流れを受けて、現在、鉄心材料として鉄などの強磁性体金属の粉末を金型に充填し、それを加圧成形して作製される圧粉磁心がモーター用鉄心材料として注目を浴びつつある。

この理由としては、圧粉磁心では、積層コアのように廃棄する部分がないので材料コストの削減が可能であることに加え、形状自由度が非常に高いので、例えばモーターの小型化を実現するような鉄心形状の設計変更が可能であり、また樹脂や無機粉末などの絶縁物と金属粉末を混合して金属粉末間の絶縁性を上昇させることができるので、モーター動作時の渦電流損失を大幅に低減してモーターの効率を大幅に改善することが可能であるなど、積層コアには無い非常にユニークな特性を引き出し得ることが挙げられる。

【0 0 0 5】

ところで、圧粉磁心をモーター用鉄心に適用する場合には、いくつかの特性を

改善する必要がある。

その第一として、絶縁性が挙げられる。すなわち、モーター内のように磁界が時々刻々変化する場所では、鉄心内部で起電力が発生することが知られているが、鉄心の絶縁性が低いと、この起電力によって渦電流が発生し、鉄心の過剰な発熱を招く。このような発熱は、機器のエネルギー効率を著しく悪化させるばかりでなく、機器の損傷の原因となるので好ましくない。

そのため、鉄粉表面を絶縁物で被覆し、圧粉磁心自体の絶縁性を向上させる必要がある。

【0 0 0 6】

その第二として、圧粉磁心の磁気特性と強度が挙げられる。すなわち、従来の圧粉磁心は、積層コアに比べて磁束密度が低いのでモーターに実装した場合、トルクなどの性能が低下するという問題があった。また、粉末を原料とするため、積層コアに比べて低強度となるので、巻線時や使用時の振動によってコアの破壊が起きるという問題もあった。従来、ノイズフィルター用圧粉磁心などでは、絶縁性はある程度得られていたが、強度と磁束密度はモーター用途を考慮した場合には極めて不十分であった。

そのため、圧粉磁心の磁束密度および強度の改善が、強く求められていた。

【0 0 0 7】

上述したように、圧粉磁心をモーター用鉄心として利用するためには、絶縁性、磁束密度および強度の全ての問題を解決することが必要条件である。

このため、圧粉磁心の磁束密度、強度および絶縁性を向上させる方法については、従来から種々の検討がなされている。

例えば、圧粉磁心の磁束密度については、成形体密度の上昇に伴い向上することが広く知られているので、この知見に基づいて、圧粉磁心の磁束密度を向上させる方法について種々検討されている。

【0 0 0 8】

例えば、圧粉磁心の磁束密度を低下させている要因として、金属粉末の形状による磁気異方性の高さに着目し、この磁気異方性を金属粉末の扁平化によって低減することで磁束密度の向上を図る技術が提案されている（例えば特許文献 1 参

照)。

しかしながら、この方法では、粉末形状が異方性を持つために、磁化の容易な方向と困難な方向が発生し、モーターのように磁化方向が変動するような用途への適用は非常に困難であった。

また、扁平化した粉末だけで作製した圧粉磁心は、扁平化粉末の長手方向にそって雲母様に剥離する傾向があるので、成形体強度を向上させるためには樹脂の添加が必要となるが、この樹脂の添加によって磁束密度が逆に低下してしまうため、結果的に磁束密度の向上が中途半端になるという問題もあった。

【0009】

また、成形体強度の向上についても多くの検討がなされている。

例えば、鉄粉にエポキシ樹脂やフッ素樹脂等の樹脂バインダーを被覆することによって圧粉磁心の強度を向上させる技術が提案されている（例えば特許文献2 参照）。

しかしながら、バインダーを添加した場合、成形体強度は向上するものの、圧粉磁心内での鉄の体積割合が減少するために、磁束密度や透磁率は著しく低下するという問題があり、モーター用鉄心のように高い磁束密度が必要とされる用途には適用が困難であった。

【0010】

さらに、成形体強度を向上させる別の方法として、酸で金属粉末表面を処理する方法が知られている。

例えば、P.Lefebverらは、金属粉末を硫酸で表面処理して表面粗度を大きくした金属粉末を用いると成形体強度が向上することを報告している（例えば非特許文献1 参照）。

また、表面にリン酸を被着させた鉄粉を用いることによって、絶縁性や成形体強度の高い圧粉磁心を得る技術が開示されている（例えば特許文献3 および特許文献4 参照）。

しかしながら、上記したような硫酸やリン酸を用いる方法は、樹脂が添加されていないので成形体密度の低下は防止できるけれども、表面処理に酸を用いるため、反応せずに残存した酸によって金属の腐食が徐々に進行する結果、磁気特性

や強度などの特性が経時劣化するという問題があった。また、絶縁性も十分ではないという問題もあった。

【0 0 1 1】

さらに、圧粉磁心の絶縁性を向上させる方法についても、いくつか検討が行われている。

例えば、上記した樹脂を用いる方法に加えて、軟磁性粉末表面を P, Mg, B, Fe を必須元素とするガラス状絶縁物で被覆して絶縁性を向上させる方法が提案されている（例えば特許文献 5 参照）。

しかしながら、この方法で得た軟磁性粉末は、588 MPa 以上の高圧力で成形するとガラス状絶縁物が破壊されて、絶縁性が著しく低下してしまうので、成形体密度の向上による磁束密度の向上を図ることが難しいという問題があった。

【0 0 1 2】

【特許文献 1】

特開平 2 - 153003 号公報（特許請求の範囲）

【特許文献 2】

特開昭 59 - 50138 号公報（特許請求の範囲）

【非特許文献 1】

「P.Lefebver et.al : Powder Met., 1999, 42, P.325 ~ 330」

【特許文献 3】

特開平 7 - 245209 号公報（特許請求の範囲）

【特許文献 4】

特表 2000 - 504785 号公報（特許請求の範囲）

【特許文献 5】

特開平 6 - 260319 号公報（特許請求の範囲）

【0 0 1 3】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記した従来技術の諸問題を有利に解決するために開発されたもので、その目的とするところは、高い絶縁性と磁束密度を示すのみならず、高い成形体強度を有し、モーター用の鉄心として好適な圧粉磁心用金属粉末を、それを

用いた圧粉磁心と共に提案することにある。

【0014】

【課題を解決するための手段】

さて、発明者らは、上記の課題を達成するために、金属および金属粉末の表面処理について綿密な調査・検討を行った。

その結果、アルミニウムを含有するリン酸塩化合物で金属表面を処理してやると、金属表面上で化成反応が起きることにより、密着性が向上し、また衝撃や加圧に対しても丈夫となり、その上腐食の発生も認められない絶縁層が形成されることの知見を得た。

また、この絶縁膜層は、686 MPa 以上の高圧力で成形した場合であっても破壊されず、高い絶縁性を示すことが判明した。

さらに、得られた成形体は、高い強度を有することも判明した。

本発明は、上記の知見に立脚するものである。

【0015】

すなわち、本発明の要旨構成は次のとおりである。

1. 強磁性体金属粉末の表面を被覆材で被覆した被覆金属粉末であって、該被覆材が、アルミニウムを含有するリン酸塩化合物を主体とするものであることを特徴とする圧粉磁心用金属粉末。

【0016】

2. 前記被覆材中のリン含有量を P (mol)、全金属含有量を M (mol) としたとき、その比 P/M が 1 以上、10 未満であることを特徴とする請求項 1 記載の圧粉磁心用金属粉末。

【0017】

3. 前記 1～2 のいずれかに記載の金属粉末を、加圧成形してなる圧粉磁心。

【0018】

4. 前記 1～2 のいずれかに記載の金属粉末を、潤滑剤や樹脂などの有機物を添加した上で、加圧成形してなる圧粉磁心。

【0019】

5. 加圧成形後、加熱処理を施すことを特徴とする上記 3 または 4 記載の圧粉磁



心。

【0020】

【発明の実施の形態】

以下、本発明を具体的に説明する。

本発明は、鉄などの強磁性体金属を主成分とする原料粉末（以下、単に原料粉末と略す）の表面が、アルミニウムを含むリン酸塩化合物を主体とする物質で被覆されていることを特徴とする金属粉末であり、原料粉末の表面を被覆する物質は、リン酸化合物とアルミニウムを含む金属化合物を原料として作製される。

【0021】

ここに、本発明で用いられるリン酸化合物とは、リン原子に結合する水酸基を2個以上有するリン酸類であり、五酸化二リンを水和して得られる酸およびその塩を総称したものである。具体的には、メタリン酸、ピロリン酸、オルトリン酸、三リン酸、四リン酸およびそれらの塩などが挙げられる。なお、本発明においては、これ以外のリン酸化合物、例えばモノメチルリン酸、モノオクチルリン酸、モノフェニルリン酸などのリン酸モノエステルや、それ以外のリン酸化合物およびその塩を用いることもできる。なお、本発明においては、これらのリン酸化合物は水等の溶媒に可溶なものであることが好ましい。

【0022】

また、本発明で用いられるアルミニウムを含む金属化合物とは、アルミニウムを含むものであればどのようなものでもかまわないが、例えばアルミニウムのリン酸塩、硝酸塩、酢酸塩および水酸化物等などが有利に適合する。

さらに、本発明においては、アルミニウム以外の金属を含む金属化合物を併用してもかまわない。そのような金属化合物としては、Mg, Mn, Zn, Co, Ti, Sn, Ni, Fe, Zr, Sr, Y, Cu, Ca, V および Ba などの金属元素を含有する、リン酸塩、炭酸塩、硝酸塩、酢酸塩および水酸化物等などが例示される。

なお、本発明においては、これらの金属化合物は水等の溶媒に可溶なものであることが好ましい。

また、本発明では、上記した以外の金属元素を含む金属化合物を用いてもかまわないが、Crを含む金属化合物は、人体に有害な6価クロムが溶出する危険性が

あるので、使用しないことが好ましい。

【0023】

本発明では、原料粉末の表面に被覆するアルミニウムを含有するリン酸塩化合物について、それに含まれるリンの含有量を P (mol)、全金属元素の含有量を M (mol) としたとき、その比 P/M を 1 以上、10 未満とすることが好ましい。というのは、 P/M が 1 未満では、金属表面での化成反応が不十分であり、金属粉末表面の化成膜の密着性が低下するため、成形体の強度や絶縁性の低下を招き、一方 P/M が 10 以上になると、被覆処理後も遊離しているリン酸が残存するようになり、金属粉末の腐食が生じるおそれがあるからである。特に好ましくは、 P/M モル比が 1 以上、5 以下の範囲である。

なお、 P/M の調整は、リン酸化合物、アルミニウム化合物を、 P/M が所望の値になるようにそれぞれ所定量用いる方法、一旦 P/M を所定の量とした上で P/M が所望の値となるように、さらにリン酸化合物あるいはアルミニウム化合物のいずれかを加えて用いる方法などが挙げられるが、いずれの方法を用いてもかまわない。また、これら以外の方法を用いても、勿論かまわない。

【0024】

なお、本発明においては、成形体の強度や磁束密度の低下を招くものでなければ、被膜中あるいは被膜下層または被膜上層にリン酸塩化合物以外の物質が存在していてもかまわない。かような物質としては、例えば界面活性剤などの金属と被覆物質の濡れ性改善を目的とする材料、粉末同士の結着を目的とする樹脂、被覆時のリン酸塩化合物の物性たとえば pH 等の調整を目的とする添加剤などがあるが、これらは総量で 5 mass% 以下に抑制することが好ましい。

また、本発明においては、全金属元素のモル数を M としたとき、そのうち 10% 以上はアルミニウム元素であることが好ましい。勿論 100% がアルミニウム元素であってもかまわない。

【0025】

本発明において用いられる原料粉末は、強磁性を呈しかつ高い飽和磁束密度を示す金属粉末であれば、いずれを用いても良い。そのような金属粉末としては、例えば鉄粉、Fe-3%Si 合金粉に代表される Fe-Si 合金粉、Fe-Al 合金粉、Fe-

Ni合金粉、センダスト粉および鉄系非晶質合金粉などが挙げられる。本発明では、これらから選ばれた1種また2種以上の金属粉末を原料粉末として使用する。また、これらの原料粉末を、製法あるいは何らかの機材加工によって、扁平加工した扁平状鉄基粉末を用いても良い。

上記した金属粉末の中でも、アトマイズ鉄粉、還元鉄粉および電解鉄粉等に代表される純鉄粉は、飽和磁束密度や透磁率などの磁気特性に優れるだけでなく、圧縮性に優れ、その上安価であるため、本発明における原料粉末として極めて有利に適合する。かような純鉄粉としては、例えば川崎製鉄（株）製のKIP-MG270H、KIP-304ASなどが挙げられる。

【0026】

上記した原料粉末の粒度については、特に制限はなく、圧粉磁心の用途や要求特性によって適宜決めることが望ましい。また、原料粉末には、圧縮性や圧粉磁心の磁気特性などに悪影響を及ぼさない範囲で、含有元素の調整を行ったものを用いても良い。

【0027】

本発明において、原料粉末の表面上に、アルミニウムを含むリン酸塩化合物の被膜を被覆する方法としては、CVD、PVDなどの気相蒸着法、メカノフュージョンなどの各種の乾式による被覆処理法、リン酸化合物および金属化合物を含む溶液を用いる湿式の被覆処理法などが挙げられるが、本発明においては、これらのいずれの方法、あるいはこれら以外の方法を用いても構わない。その中でも、リン酸化合物および金属化合物を含む溶液を用いた湿式の被覆処理法は、気相蒸着法などに比べて簡便な上に、リン酸化合物とアルミニウム化合物の混合比を調整することでP/Mを所望の値にすることが容易であるため、乾式の被覆処理法に比べてリンと金属元素のモル比（P/M）を正確に制御することができ、さらに原料粉末表面への被覆も均一に行うことができるので、特に好ましい。

【0028】

なお、湿式法で被覆処理する場合、用いる溶液の金属に対する反応性を制御することを目的に、溶液のpHを所望の値にしておくことが好ましい。好適なpHの範囲は1以上、6以下である。pHの値が1に満たないと、反応性が高くなりすぎ、

処理時、反応が過剰になる部分が発生するため、被膜の成分・組成が不均一になったり、密着性が著しく低下してしまう。一方、pHの値が6より大きくなると、反応性が低下してしまうため、被膜の生成が十分に進行しない。

本発明においては、溶液のpHを調整することを目的として、溶液にpH調整剤を添加してもかまわない。pH調整剤としては、例えばリン酸1ナトリウム、リン酸2ナトリウム、酸性ピロリン酸ナトリウム、リン酸1カリウム、リン酸2カリウム、フマル酸1ナトリウムおよびホウ酸などが挙げられる。但し、本発明においては、上記した以外の材料を用いてpH調整を行っても、勿論かまわない。

【0029】

湿式による被覆処理法としては、アトライターやヘンシェルミキサーなどのように槽内で攪拌混合する方法、転動流動槽型被覆装置のように流動状態で混合する方法などが挙げられるが、本発明においてはいずれの方法を用いても構わないし、それら以外の方法を用いても勿論構わない。湿式混合を行う場合、溶液の粉末への供給は、混合開始前あるいは開始直後に全量を供給する方法でも構わないし、混合中に複数回に分割して供給する方法でも構わない。また、液滴供給装置やスプレーなどの装置を用いて、混合中に継続的に供給するようにしても構わない。

【0030】

なお、スプレーによる溶液供給は、溶液を粉末全体に均一に添加することが可能であり、さらにスプレーの噴霧条件の調整により、粉末液滴の径を $10\mu\text{m}$ 程度まで小さくすることが可能なので、被膜厚みが過剰になることも防止できる。その結果、金属粉末全体を均一かつ薄い被膜で被覆することが可能である。従って、本発明においては、スプレーを用いて被覆処理を行うことが好ましい。

また、流動造粒機や転動造粒機のように、流動槽による攪拌を行うと、粉体同士の凝集が抑制される利点がある。従って、流動槽に対してスプレーを通して本発明で用いられる被覆材を噴霧すると、スプレー噴霧による効果と、流動槽を利用した効果とが複合し、より均一な被覆が得られるので、特に好ましい。なお、溶媒の乾燥の促進や反応の促進などを目的として、混合中あるいは混合後に加熱処理を行うことは有利である。

【0031】

ここに、原料粉末に対する被覆材の添加量は、粉末全体で0.05～5 mass%の範囲とすることが好ましい。というのは、0.05%mass%を下回ると、被覆材が少なすぎるために原料粉末の被覆が不均一となって、強度の低下のみならず、絶縁性の低下を招き、一方5 mass%を超えた場合は、圧粉磁心中の原料粉末の割合が著しく低下するので、成形体強度のみならず磁束密度の著しく低下を招くからである。

【0032】

以上のようにして作製された、表面被覆金属粉末は、金型などを用いて加圧成形される。

ここに、成形圧力は、用途に応じて適宜決定すれば良い。成形圧力を向上させると、成形体の圧粉密度が向上するため、磁束密度などの磁気特性が向上し、さらには機械的強度も向上するので好ましい。好ましい成形圧力は 490 MPa以上、特に好ましい成形圧力は 980 MPa以上である。

【0033】

また、上記の加圧成形に際し、必要に応じて潤滑剤を金型全面に塗布あるいは添加することができる。かかる潤滑剤を添加することにより、加圧成形時、金型と粉末間の摩擦を低減することができるので、成形体密度の低下を抑制することができ、その上金型から抜き出す際の摩擦も低減できるので、取り出し時における成形体の割れを防止できるなどの改善効果が得られる。

ここに、潤滑剤としては、ステアリン酸リチウム、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウムなどの金属石鹸、あるいは脂肪酸アミドなどのワックスが挙げられる。

【0034】

本発明に従い得られた金属粉末から作製される圧粉磁心は、加圧成形後に、歪取りによるヒステリシス損失の低減や成形体強度の向上などを目的とした熱処理を行っても良い。この際、加熱温度や加熱時間、加熱雰囲気等の熱処理条件は、用途に応じて適宜決定すれば良いが、加熱温度は 300～700 °C、加熱時間は 5～120 分程度が好適である。加熱雰囲気としては、簡易な加熱装置で処理ができる

大気以外にも、ArやN₂などの不活性雰囲気、H₂などの還元性雰囲気あるいは真空などが挙げられるが、本発明においてはそのいずれでも構わない。また、雰囲気露点は用途等に応じて適宜決定すれば良い。さらに、熱処理時、昇温時あるいは降温時に一定の温度で保持する段階を設けてもよい。

【0 0 3 5】

以上の方法で作製された金属粉末を加圧成形して得られる成形体は、高い強度と絶縁性を呈し、さらに酸を用いた処理で問題となった腐食を抑えることが可能となる。

なお、これらの機構の詳細については明確に解明されたわけではないが、本発明者らは、リン酸塩化合物中のリン酸による金属表面での化成反応と、リン酸塩化合物中の金属元素、とくにアルミニウムとリン酸の間で進行する架橋反応とそれに伴う遊離リン酸の消滅およびリン酸塩化合物でできた絶縁層の形成が、本発明の金属粉末を加圧成型して作製される成形体において、高密度、高強度、高絶縁性の実現に強く影響しているものと推定している。

【0 0 3 6】

【実施例】

以下、本発明の実施例について説明をする。

原料粉末としては、川崎製鉄（株）製の鉄粉「KIP-304AS」を用いた。また、被覆材としては、P/Mが表1に示す値になるように調整したリン酸化合物および金属化合物を用いた。

被覆に際しては、湿式の被覆処理法を用いるものとし、溶液としては、蒸留水中における固形分濃度を5 mass%に調整したものをを用いた。

なお、P/M比の調整は、リン酸化合物と金属化合物の溶解比あるいは混合比の調整または所定のP/Mとなるように調整したリン酸塩化合物を溶解することにより行った。また、発明例26～30においては、表記したpH調整剤を加えてpHを調整した。

【0 0 3 7】

被覆材と原料粉末の混合は、転動流動槽型被覆装置により実施した。被覆材の添加は、原料粉末を装置容器内で流動化させた上で、スプレーを用いてその流動

状態にある粉末へ被覆材を固形分量が表 1 に示した量になるように噴霧することによって行った。噴霧終了後、乾燥のために20分間流動状態を維持して、原料粉末の表面に被覆材を被覆した金属粉末を得た。この金属粉末に、潤滑剤としてステアリン酸亜鉛を 0 ~ 0.2 mass% 添加した粉末を、金型に充填した上で加圧成形して測定用のリング試料（外径：38mm，内径：25mm，高：6.2 mm）を作製した。成形圧力は 980 ~ 1980 MPa とした。なお、潤滑材の添加量が 0 % の場合は、水にステアリン酸亜鉛を分散させた潤滑剤溶液を金型面に塗布する金型潤滑を行った。さらに、一部については、加圧成形して得られた成形体を大気雰囲気下で 400 °C，60 分間の加熱処理を施した。表 2 に、潤滑剤の添加量、成形圧力、成形体試料加熱の有無を示す。

【 0 0 3 8 】

かくして得られた圧粉体試料の圧粉体密度、比抵抗、圧環強度および磁束密度について調べた結果を、表 2 に併記する。

なお、圧粉体密度は、試料の寸法と重量を測定し、その値を用いて算出した。比抵抗は、四端子法にて測定した。この際、通電電流は 1 A とした。圧環強度は、JIS Z 2507 において「焼結含油軸受けの圧環強さ試験方法」として規定されている方法によって測定した。磁束密度は、リング試料に $\phi 0.6$ mm のホルマル被覆導線を 1 次側：100 巻、2 次側：20 巻したコイルを用いて、磁界 $H = 10$ kA/m における磁束密度 B_{10} で評価した。

また、強度と磁気特性の経時劣化について調査するために、温度：25°C、湿度：40% の雰囲気中に 10 日間保管した試料について、圧環強度と磁束密度を上記と同様の手法にて測定した。

【 0 0 3 9 】

【表 1】

表 1

No.	リン酸化合物	金属化合物 1		金属化合物 2 (又は pH 調整剤)		P/M	pH	固形分量 (mass%)	備 考
	名 称	名 称	割合 *	名 称	割合 *				
1	85%オルトリン酸	水酸化アルミニウム	100	—	—	2	1.2	0.20	発明例 1
2	85%オルトリン酸	水酸化アルミニウム	100	—	—	10	1.2	0.50	" 2
3	85%オルトリン酸	水酸化アルミニウム	100	—	—	4	1.2	1.00	" 3
4	85%オルトリン酸	塩化アルミニウム	100	—	—	2	1.0	0.10	" 4
5	85%オルトリン酸	塩化アルミニウム	100	—	—	2	1.0	0.20	" 5
6	85%オルトリン酸	塩化アルミニウム	100	—	—	2	1.0	0.20	" 6
7	85%オルトリン酸	塩化アルミニウム	100	—	—	4	1.0	0.50	" 7
8	85%オルトリン酸	塩化アルミニウム	100	—	—	6	1.0	1.00	" 8
9	85%オルトリン酸	酢酸アルミニウム	100	—	—	2	1.0	0.10	" 9
10	85%オルトリン酸	酢酸アルミニウム	100	—	—	2	1.2	0.20	" 10
11	85%オルトリン酸	酢酸アルミニウム	100	—	—	3	1.2	1.00	" 11
12	85%オルトリン酸	酢酸アルミニウム	100	—	—	3	1.2	3.00	" 12
13	85%オルトリン酸	酢酸アルミニウム	100	—	—	7	1.2	5.00	" 13
14	—	リン酸アルミニウム	100	—	—	1	1.2	0.05	" 14
15	—	リン酸アルミニウム	100	—	—	2	1.2	0.10	" 15
16	—	リン酸アルミニウム	100	—	—	3	1.2	0.05	" 16
17	—	リン酸アルミニウム	100	—	—	3	1.2	0.10	" 17
18	—	リン酸アルミニウム	100	—	—	3	1.2	0.20	" 18
19	—	リン酸アルミニウム	100	—	—	3	1.2	0.50	" 19
20	—	リン酸アルミニウム	100	—	—	4	1.2	1.00	" 20
21	ピロリン酸	酢酸アルミニウム	100	—	—	2	1.5	1.00	" 21
22	85%オルトリン酸	水酸化アルミニウム	50	リン酸マンガ	50	2	3.0	0.50	" 22
23	—	リン酸アルミニウム	80	硝酸亜鉛	20	4	1.5	0.75	" 23
24	—	リン酸アルミニウム	100	—	—	3	1.2	0.20	" 24
25	—	リン酸アルミニウム	100	—	—	3	1.2	0.20	" 25
26	—	リン酸アルミニウム	90	フマル酸ナトリウム	10	3	3.0	0.10	" 26
27	—	リン酸アルミニウム	90	酸性ピロリン酸ナトリウム	10	3	4.0	0.10	" 27
28	—	リン酸アルミニウム	90	リン酸カルシウム	10	3	4.0	0.10	" 28
29	—	リン酸アルミニウム	90	ホウ酸	10	3	4.0	0.10	" 29
30	—	リン酸アルミニウム	80	ホウ酸	20	3	6.0	0.10	" 30
31	—						—	—	比較例 1
32	—						—	—	" 2
33	エポキシ樹脂						—	0.20	" 3
34	エポキシ樹脂						—	0.50	" 4
35	エポキシ樹脂						—	1.00	" 5
36	0.1N硫酸						0.1	0.20	" 6
37	85%オルトリン酸						0.8	0.20	" 7
38	85%オルトリン酸: 163 g、MgO: 31 g、ホウ酸: 30 g						3.0	0.20	" 8
39	85%オルトリン酸: 163 g、MgO: 31 g、ホウ酸: 30 g						3.0	0.50	" 9

* 割合: 示した成分の金属元素の原子が、全金属成分の原子数M中に占める割合

【0040】

【表 2】

表 2

o.	添加量	潤滑剤 (mass%)	成形 圧力 (MPa)	熱処理 の有無	試料調整直後				10日後		備 考
					成形体密度 (kg/m ³)	比抵抗 ($\mu\Omega$ m)	圧取強度 (MPa)	磁束密度 B ₁₀ (T)	圧環強度 (MPa)	磁束密度 B ₁₀ (T)	
1	0.20	0.20	980	有り	7.54	95	87	1.50	92	1.50	発明例 1
2	0.50	0.20	980	有り	7.50	240	86	1.51	92	1.52	" 2
3	1.00	金型潤滑	980	なし	7.35	4550	81	1.41	86	1.41	" 3
4	0.10	金型潤滑	980	なし	7.62	132	90	1.52	96	1.54	" 4
5	0.20	金型潤滑	980	なし	7.59	242	89	1.50	93	1.51	" 5
6	0.20	金型潤滑	980	なし	7.58	253	92	1.50	98	1.50	" 6
7	0.50	金型潤滑	1470	なし	7.67	343	95	1.57	99	1.59	" 7
8	1.00	金型潤滑	1470	なし	7.56	323	86	1.49	92	1.51	" 8
9	0.10	金型潤滑	1470	有り	7.73	98	104	1.69	109	1.70	" 9
10	0.20	金型潤滑	980	有り	7.64	103	98	1.57	104	1.58	" 10
11	1.00	金型潤滑	980	有り	7.45	1304	96	1.48	101	1.48	" 11
12	3.00	金型潤滑	980	有り	7.23	8750	86	1.32	90	1.34	" 12
13	5.00	金型潤滑	980	有り	7.01	12353	86	1.30	91	1.30	" 13
14	0.05	0.20	980	なし	7.64	85	87	1.63	92	1.64	" 14
15	0.10	0.20	980	なし	7.62	120	89	1.60	93	1.61	" 15
16	0.05	金型潤滑	980	なし	7.62	108	89	1.62	92	1.68	" 16
17	0.10	金型潤滑	980	なし	7.61	160	92	1.65	93	1.65	" 17
18	0.20	金型潤滑	980	有り	7.62	200	94	1.63	95	1.64	" 18
19	0.50	金型潤滑	1470	有り	7.65	398	109	1.58	108	1.59	" 19
20	1.00	金型潤滑	1470	有り	7.54	1574	102	1.54	103	1.53	" 20
21	1.00	金型潤滑	1470	なし	7.55	1245	96	1.55	102	1.55	" 21
22	0.50	金型潤滑	1980	なし	7.75	308	119	1.73	122	1.73	" 22
23	0.75	金型潤滑	980	有り	7.56	340	90	1.51	94	1.51	" 23
24	0.20	金型潤滑	1980	有り	7.74	120	121	1.74	121	1.73	" 24
25	0.20	金型潤滑	980	なし	7.60	320	91	1.60	92	1.61	" 25
26	0.20	金型潤滑	980	なし	7.60	520	99	1.60	103	1.61	" 26
27	0.20	金型潤滑	980	なし	7.61	542	102	1.59	106	1.60	" 27
28	0.20	金型潤滑	980	なし	7.60	453	101	1.59	105	1.60	" 28
29	0.20	金型潤滑	980	なし	7.62	592	104	1.61	109	1.61	" 29
30	0.20	金型潤滑	980	なし	7.62	493	101	1.61	107	1.62	" 30
31	0.20	金型潤滑	980	なし	7.66	8.5	79	1.67	78	1.68	比較例 1
32	0.20	金型潤滑	1470	なし	7.71	4.2	80	1.72	81	1.71	" 2
33	0.20	金型潤滑	980	なし	7.57	2310	62	1.54	63	1.54	" 3
34	0.50	金型潤滑	980	なし	7.45	8710	36	1.48	35	1.48	" 4
35	1.00	金型潤滑	980	なし	7.32	23600	21	1.35	21	1.36	" 5
36	0.20	金型潤滑	980	なし	7.58	67	85	1.55	54	1.32	" 6
37	0.20	金型潤滑	980	なし	7.57	45	86	1.56	45	1.24	" 7
38	0.20	金型潤滑	980	有り	7.62	24	85	1.59	85	1.60	" 8
39	0.50	金型潤滑	1470	有り	7.60	35	84	1.56	85	1.57	" 9

【0041】

表 2 から明らかなように、発明例はいずれも、優れた圧粉体密度、比抵抗、圧環強度および磁束密度が得られ、また強度と磁気特性の経時劣化は全くなかった

。また、発明例25と発明例26～30の比較より、pH調整剤によるpHの上昇が圧粉体特性とくに強度や比抵抗の改善に有効であることが分かる。

【0042】

比較例1, 2は、原料粉末だけを加圧成形した場合の結果である。被覆材を用いていないので比抵抗は著しく低く、さらに被覆処理を行った粉末を同一圧力で加圧成形した試料よりも圧環強度も低かった。

比較例3～5は、本発明である被覆材の代わりに、水分散型エポキシ樹脂（樹脂濃度：5mass%）を被覆材として原料粉末に被覆したものである。試料の作製手順および評価手順は、実施例と同様の方法にて実施した。エポキシ樹脂を用いた試料は、本発明である被覆材を同一量添加し、同一圧力で成形した試料に比べて、圧環強度が弱く、また磁束密度も著しく低かった。

比較例6は、原料粉に0.1 N硫酸を、比較例7は85%オルトリン酸を、それぞれ所定固形分量になるように添加、混合、乾燥して得た金属粉末についてを、実施例と同様の方法にて評価した場合の結果である。強度と磁気特性が経時劣化していることが認められる。

【0043】

比較例8, 9は、被覆材として、蒸留水：1リットル当たり、85%オルトリン酸：163 g、MgO：31 g、ホウ酸：30 gを溶解し、さらに蒸留水を加えて固形分濃度を5mass%に調整した水溶液を原料粉末に対して、実施例と同様の手順で添加、評価した場合の結果である。成形圧および添加量が同一で、被覆材だけを代えた実施例18や実施例19に比べて比抵抗が著しく低下していることが分かる。

【0044】

以上、実施例では、原料粉末として、川崎製鉄（株）製の鉄粉「KIP-304AS」を用いた場合について説明したが、本発明では、あらゆる鉄を主成分とする原料粉末に対しても、また鉄系以外であっても強磁性を有するニッケルやコバルト粉末に対しても勿論ながら有効である。

【0045】

【発明の効果】

かくして、本発明によれば、高い絶縁性と磁束密度を有し、かつ高い成形体強

度を持つ、モーター用の鉄心として有用な圧粉磁心用金属粉末およびそれを用いた圧粉磁心を得ることができ、産業上極めて有用である。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 高い絶縁性と磁束密度を有し、かつ高い成形体強度を持つ、モーター用の鉄心として有用な圧粉磁心用金属粉末を提供する。

【解決手段】 強磁性体金属粉末の表面を被覆材で被覆した被覆金属粉末において、該被覆材につき、アルミニウムを含有するリン酸塩化合物を主体とする。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 2 - 3 7 7 7 7 0

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 1 2 5 8]

1. 変更年月日 1 9 9 0 年 8 月 1 3 日
[変更理由] 新規登録
住 所 兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号
氏 名 川崎製鉄株式会社
2. 変更年月日 2 0 0 3 年 4 月 1 日
[変更理由] 名称変更
住所変更
住 所 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号
氏 名 J F E スチール株式会社